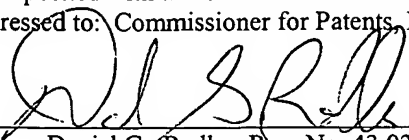




I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service on the date set forth below as First Class Mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450.

Date of Signature

and Deposit: 3/21/07

  
Daniel G. Radler, Reg. No. 43,028

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

Applicant: Masahiro Kato et al.  
Serial No.: 10/673,939  
Filed: September 29, 2003  
For: SEALING MATERIAL  
Art Unit: 1755  
Examiner: Bolden, Elizabeth A.  
Att'y. Docket: 520514.00007

**SUBMISSION OF CERTIFIED PRIORITY DOCUMENTS**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

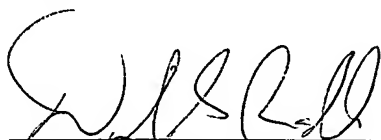
Sir:

We are submitting herewith a certified copy of the priority document, Japanese Patent Application No. 2002-284628, for the above referenced patent application.

The Commissioner is hereby authorized to charge any fees which may be required, or credit any overpayment to deposit account No. 17-0055.

Respectfully submitted,

3/21/07  
Date

  
Daniel G. Radler, Reg. No. 43,028  
Quarles & Brady LLP  
411 East Wisconsin Avenue  
Milwaukee, Wisconsin 53202-4497  
Tel. No. (414) 277-5749

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 2 年   9 月 3 0 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 2 - 2 8 4 6 2 8  
Application Number:

[ST. 10/C]            [ J P 2 0 0 2 - 2 8 4 6 2 8 ]

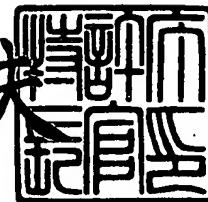
出 願 人            双葉電子工業株式会社  
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 3 年   8 月 2 9 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号   出証特 2 0 0 3 - 3 0 7 0 6 3 8

BEST AVAILABLE COPY



【書類名】 特許願

【整理番号】 F002752

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01J 31/15

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県茂原市大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内

    【氏名】 加藤 雅弘

【発明者】

    【住所又は居所】 千葉県茂原市大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内

    【氏名】 小暮 純一郎

【特許出願人】

    【識別番号】 000201814

    【氏名又は名称】 双葉電子工業株式会社

    【代表者】 西室 厚

    【電話番号】 0475-32-6001

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 002646

    【納付金額】 21,000円

【プルーフの要否】 要

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【書類名】 明細書

【発明の名称】 蛍光表示管用封着材及び封着材の製造方法、封着材を使用した蛍光表示管

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットと、粒子径  $0.001 \sim 0.1 \mu m$  の絶縁性酸化物微粒子を含有する蛍光表示管用封着材。

【請求項 2】

少なくとも、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットと、粒子径  $0.001 \sim 0.1 \mu m$  の絶縁性酸化物微粒子を含有する蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管。

【請求項 3】

前記絶縁性酸化物微粒子が、前記フリットに対し  $0.01 \sim 2.0 wt\%$  添加されていることを特徴とする請求項 2 の蛍光表示管。

【請求項 4】

前記絶縁性酸化物微粒子が  $SiO_2$  である事を特徴とする請求項 2 又は請求項 3 の蛍光表示管。

【請求項 5】

少なくとも、粒子径  $0.001 \sim 0.1 \mu m$  の絶縁性酸化物微粒子をビヒクル中に均一に分散する工程、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーを絶縁性酸化物微粒子が分散した前記ビヒクル中に投入する工程、絶縁性酸化物微粒子とビヒクルとマザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスと熱膨張調整用低融点フィラーを均一に混練する工程を有することを特徴とする蛍光表示管用封着材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は  $P_2O_5-SnO$  系の低融点ガラスを蛍光表示管用封着材、及び、該蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

図8を用いて、蛍光表示管の概略を以下に説明する。蛍光表示管1は、アノード電極及びグリッド電極等が形成されたガラスプレート2、スペーサガラス5、前面板6が蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス7により固着されて真空容器が形成される。

フィラメントを支持するアンカー等を真空容器内に固定し且つ外部に引き出すフィラメントリード3、グリッド電極、アノード電極を外部に引き出すリード4等の金属部品は、ガラスプレート2上面とスペーサガラスに挟持されて蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス7により固着されて蛍光表示管が構成される。

#### 【0003】

蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス7は  $PbO-B_2O_3-SiO_2$  系低融点ガラスに熱膨張調整用低融点フィラーとして  $PbTiO_3$  を混合し、これとターピネオール等の溶剤中に印刷性向上の為のエチルセルロース等のバインダを1～5%程度溶解したビヒクルとを混練した蛍光表示管用封着材用シールペースト材（以下シールペーストという）として使用している。

前記蛍光表示管用封着材7は予め、前記ガラスプレート2上面にスクリーン印刷法等によりパターン形成され焼成工程を経てガラス化されたシールパターン8を形成している。

前記シールパターン8が基板2とスペーサガラス5との間に介在している。この状態で400～500℃に昇温して、その温度を所定時間保持する事で、前記蛍光表示管用封着材から成る蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスが再溶融されて蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスとして基板とスペーサガラス5とが固着される。

#### 【0004】

一方、地球環境への悪影響を出来るだけ少なくするために、 $PbO-B_2O_3-SiO_2$ 系低融点ガラスの代替として、例えば、種々のリン酸亜鉛系の低融点ガラスを中心とする多くの無鉛低融点フリットガラスとしてのリン酸系無鉛ガラスが知られている。(例えば特許文献1、2参照。)

#### 【0005】

前記リン酸系低融点ガラス(マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラス)を蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス7として、基板2とスペーサガラス5を封着する技術が開示されている。(例えば特許文献3参照。)

また、マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラスをビヒクルと混練してペースト化して使用する技術が開示されている。(例えば特許文献4参照。)

更に、マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラスにニトロセルロース等のビヒクルからなる蛍光表示管用封着材を使用して、 $200\sim 250^{\circ}C$ の温度で10分間以上保持する温度プロファイルを新たに設けることで、良好な真空容器を形成する技術が開示されている。(例えば特許文献5参照。)

#### 【0006】

しかし、前記リン酸系無鉛ガラス(マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラスで、軟化点 $300\sim 400^{\circ}C$ の粉末ガラス)80wt%と、エチルセルロース3~5wt%をアルコール類等の溶剤と混合してなるビヒクル20wt%とを混練した蛍光表示管用シールペーストを用いてシールパターンを形成した後、 $400\sim 500^{\circ}C$ に所定時間保持して蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスを再溶融することで、基板とスペーサガラス5とを封着して蛍光表示管を製造したところ、前記蛍光表示管の封着部は機械的強度が不十分であるという問題があった。

#### 【0007】

そこで比較の為に、従来の $PbO-B_2O_3-SiO_2$ 系低融点ガラスを使用した蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスの表面の200倍顕微鏡写真を撮影した。この顕微鏡写真から、蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスの表面は一部に失透物質が析出してガラス化されない領域(A)があるが

、殆どガラス化された領域（B）であることが解かる。（図1：図面代用写真）

。

#### 【0008】

又、従来のリン酸系無鉛ガラスを主成分とする蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管において、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス表面状態の200倍顕微鏡写真を撮影した。その結果、顕微鏡写真2（図2：図面代用写真）に示す様に失透物質が析出してガラス化されない領域（A）であることが解かる。

#### 【0009】

また、図5は前記写真2（図2：図面代用写真）の表面の分析を行った分析結果を示したもので、この図から前記シールパターン8の表面に於いて低融点化に寄与するSnO成分、及び、ガラスの網目構造を構成するP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>成分が正常なガラス状態の表面と比較して約50%以上減少していることが解かる。以上から従来のリン酸系無鉛ガラスを使用した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスは、表面が失透しているため、封着部分の機械的強度が弱くなると思われる。

#### 【0010】

##### 【特許文献1】

特開平5-132339号公報

上記文献には、種々のリン酸亜鉛系の低融点ガラスを中心とする多くの無鉛低融点フリットガラスとしてのリン酸系無鉛ガラスが記載されている。

##### 【特許文献2】

特開平8-239239号公報

上記文献には、種々のリン酸亜鉛系の低融点ガラスを中心とする多くの無鉛低融点フリットガラスとしてのリン酸系無鉛ガラスが記載されている。

##### 【特許文献3】

特開平11-283537号公報（第3項）

上記文献には、無鉛ガラス（マザーガラスであるP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SnO系低融点ガラス）を蛍光表示管用封着材として、基板2とスペーサガラス5を封着する技術

が開示されている。

【特許文献 4】

特開 2 0 0 0 - 7 2 7 4 9 号公報

上記文献には、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスをビヒクルと混練してペースト化して使用する技術が開示されている。

【特許文献 5】

特開 2 0 0 2 - 2 0 3 1 9 号公報

上記文献には、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスにニトロセルロース等のビヒクルからなる封着材を使用して、 $200\sim 250^{\circ}C$  の温度で 10 分間以上保持する温度プロファイルを新たに設ける技術が開示されている。

【0 0 1 1】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、失透現象が発生せずに蛍光表示管の封着時に蛍光表示管用封着材としての強度が十分な  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスを用いた蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管を得ることである。

【0 0 1 2】

【課題を解決する為の手段】

本願発明の構成は以下の通りである。

請求項 1 の発明は、蛍光表示管用封着材が少なくとも、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットと、粒子径  $0.001\sim 0.1\mu m$  の絶縁性酸化物微粒子を含有することを特徴とする。

請求項 2 の発明は、蛍光表示管が少なくともマザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットと、粒子径  $0.001\sim 0.1\mu m$  の絶縁性酸化物微粒子を含有する蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスを有することを特徴とする。

請求項 3 の発明は絶縁性酸化物微粒子が、前記フリットに対し  $0.01\sim 2.0\text{ wt}\%$  添加されていることを特徴とする。

請求項 4 の発明は、の絶縁性酸化物微粒子が  $SiO_2$  である特徴とする。



請求項5の発明は、粒子径 $0.001 \sim 0.1 \mu\text{m}$ の絶縁性酸化物微粒子をビヒクル中に均一に分散する工程、マザーガラスである $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーを絶縁性酸化物微粒子が分散した前記ビヒクル中に投入する工程、絶縁性酸化物微粒子とビヒクルとマザーガラスである $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラスと熱膨張調整用低融点フィラーを均一に混練する工程を有することを特徴とする蛍光表示管用封着材の製造方法である。

#### 【0013】

##### 【発明の実施の形態】

蛍光表示管用マザーガラスである $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットを使用した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する封着部の機械的強度の低下は、下記に示す通り前記 $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系蛍光表示管用シールペーストから成るシールパターン表面が十分ガラス化しないために発生しているものと思われる。

蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス表面が十分ガラス化しないことの原因としては、網状高分子として( $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラス)を使用したシールペーストを $400 \sim 500^\circ\text{C}$ で焼成したときに、前記 $\text{P}_2\text{O}_5$ の網目構造の中に、網目修飾体としての $\text{SnO}$ (低軟化点化に寄与している)が部分的に入って安定な構造のガラス状態のまま結晶析出が生じてしまう(即ち失透化が生じてしまう)ことが大きな要因と思われる。

#### 【0014】

そこで、本願発明者は、 $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラスに絶縁性酸化物微粒子を添加することで、前述のガラスの失透化による不安定化を防止し、蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスの封着強度の強化を図った。なお、絶縁性酸化物微粒子として、粒径 $0.1 \mu\text{m}$ 以下の微粒子 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ を使用することが好適であるが、一般に入手し易い以下 $\text{SiO}_2$ を代表例として説明する。

- ①  $\text{SiO}_2$ を $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラスに添加して、微粒子 $\text{SiO}_2$ を $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラスの表面に均一の付着させる。
- ② 前記 $\text{P}_2\text{O}_5-\text{SnO}$ 系低融点ガラスの表面に均一に前記微粒子 $\text{SiO}_2$ が

、前記  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスとエチルセルロース、ニトロセルロース等の有機物ビヒクル及び有機溶媒との直接接触する機会を低減する。

③ 前記の、前記微粒子  $SiO_2$  の保護的效果により前記のガラス中の  $SnO$  及び  $P_2O_5$  一部が還元されて  $SnO$  及び  $P_2O_5$  が揮散することを防止できる。

④ その結果、 $SnO$  及び  $P_2O_5$  の揮散する事が原因と思われる失透が抑えることができる。

#### 【0015】

詳細には以下の通りである。まず、添加した該微粒子  $SiO_2$  が、 $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスの表面をコートすることにより、ペーストの焼成過程における有機物の燃焼行程において、 $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスが直接有機溶媒やビヒクル等の有機物質と直接接触する機会を低減させる事で、 $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスが還元されてガラスが不安定な表面失透の発生を低減することができる。

#### 【0016】

この微粒子  $SiO_2$  の添加は、微粒子  $SiO_2$  が無機バインダとしてペーストのチキソトロピー性を向上させる為、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスと組み合わせることにより失透原因となる有機バインダ（エチルセルロースやニトロセルロース）の添加量を少なくすることが可能となる。

さらにこの微粒子  $SiO_2$  の添加は、チキソトロピー性を向上させることが出来ることから、シールペーストを蛍光表示管用基板にスクリーン印刷する際の、スキージによる前記シールペーストがスクリーン印刷用版のステンレスメッシュを通過する際の流動性を増加させて該スクリーンメッシュを通過後の転写後にシールパターンが固定し易くなる。

#### 【0017】

絶縁性酸化物微粒子をビヒクル中に均一に分散させて後、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーを絶縁性酸化物微粒子が分散した前記ビヒクル中に投入し、その後、絶縁性酸化物微粒子とビヒクルとマザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラスと熱膨張調整用低融点フィラーを均一に混練する工程を有することで微粒子絶縁性酸化物は凝集し

難くして前記フリット表面に均一に添加付着させることが出来た。

#### 【0018】

この超微粒子  $\text{SiO}_2$  の添加は、超微粒子  $\text{SiO}_2$  が無機バインダとしてシールペーストのチクトロピー性を向上させる為、 $\text{P}_2\text{O}_5 - \text{SnO}$  系低融点ガラスと組み合わせることにより失透原因となり易い、有機バインダ（エチルセルロースやニトロセルロース）の添加量を低減出来る。

#### 【0019】

以下に、本願発明の詳細を、絶縁性酸化物微粒子  $\text{SiO}_2$  を使用した例に基づいて詳述する。

（実施例 1）本願発明のマザーガラスである  $\text{P}_2\text{O}_5 - \text{SnO}$  系低融点ガラスを使用した蛍光表示管の実施の形態について以下の通りである。

ブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ターピネオール、ヘキサノール、メタノール等に代表される高沸点溶剤中（高沸点溶剤としては、分解性が良く且つ粘性の高い溶剤が好ましい。）に、必要に応じてエチルセルロースやニトロセルロース等の樹脂 0.5～5 wt % 程度を溶解させたものをビヒクルとして用いる。

前記ビヒクルを容器に入れて、毎分 1000 回以上の高速回転で攪拌混合させながら混練する。前記高速回転中のビヒクル中に微粒子  $\text{SiO}_2$  を投入する。このような高速回転で混練することで、前記微粒子  $\text{SiO}_2$  を均一にビヒクル中に分散させる。次に、前記ガラスと低膨張酸化物と混合したフリットとを、該シールフリットに対して 10～30 wt % 程度のビヒクルを混合し毎分 1000 回以上の高速回転で攪拌混合して本願発明の蛍光表示管用封着材をスクリーン印刷用ペーストとした蛍光表示管用シールペーストが完成する。

#### 【0020】

微粒子  $\text{SiO}_2$  とは、 $0.1 \mu\text{m}$  以下の粒子径である。好ましくは  $0.05 \mu\text{m}$  以下（比表面積  $50 \sim 400 \text{ m}^2/\text{g}$ ）の、例えば日本アエロジル製の超微粒子  $\text{SiO}_2$  等を使用する。

前記微粒子  $\text{SiO}_2$ 、マザーガラスである  $\text{P}_2\text{O}_5 - \text{SnO}$  系低融点ガラスに熱膨張調整用低融点フィラーとして 5～40 wt % の酸化物フィラーを添加した

フリット、及び、該フリットに対し 0.01～2.0 wt % の超微粒子  $\text{SiO}_2$  を添加する。

前記微粒子  $\text{SiO}_2$  の添加量は好ましくは 0.1～1.0 wt % である。0.1 wt % 以下では改善効果が少なく、また 2 wt % 以上ではガラスの流動性に悪影響を与える。

熱膨張調整用低融点フィラーとしては、熱膨張係数の小さく環境負荷物質を含有しない材料としてコージェライト、ジルコン、シリカ、リンサンジルコニウム、チタン酸アルミニウム等が挙げられる。

#### 【0021】

前述した蛍光表示管用シールペーストを封止部に印刷等によってパターン形成する。

次に、内部に制御電極と陰極を設けた状態で陽極基板と容器部で外圍器を組み立てて封着し、400～500℃に昇温して、その温度を所定時間保持する事により、ペースト組成物を構成する有機溶剤が蒸発すると共にビヒクルを分解揮散させてフリットガラス粉末が溶融して一体の蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスとなり、基板とスペーサガラスとを封着して蛍光表示管が得られる。

#### 【0022】

更に、本願発明の構成要件である酸化物微粒子の添加量、前記酸化物微粒子、低融点ガラス、及び、ビヒクルの組成比の最適化について説明する。

マザーガラスである  $\text{P}_2\text{O}_5$ － $\text{SnO}$  系低融点ガラスに熱膨張調整用低融点フィラーとして 5～40 wt % の酸化物フィラーを添加したフリット、該フリットに対し、(0.001  $\mu\text{m}$ 、0.01  $\mu\text{m}$ 、0.03  $\mu\text{m}$ 、0.1  $\mu\text{m}$ 、1.0  $\mu\text{m}$  の) 微粒子  $\text{SiO}_2$  の添加量を其々について、添加量を 0、0.01、0.1、0.5、1.0、2.0、2.0、5.0 wt % に変化させて、

高沸点溶剤であるブチルカルビトールにエチルセルロース 1 wt % 程度を溶解させたビヒクルと混合したシールペーストを作成した。

#### 【0023】

前記各シールペーストについて、蛍光表示管を作成してガラス基板とスペーサガラスを接着する蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの接着強度を測定した。

蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの接着強度は、蛍光表示管用シールペーストをガラス基板上面に印刷・焼成した後、幅 3.5 mm、長さ 10 mm、高さ 20 mm のガラス板を、封着炉を通過させて蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスで固定したサンプルを用意し、プッシュプルゲージを用いて接着強度を測定した（図 7）。

本願発明の蛍光表示管用封着材の効果を従来の  $PbO-B_2O_3-SiO_2$  系と、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及びエチルセルローズ 0.05 wt % を主成分とし、微粒子  $SiO_2$  の添加量を変化させて、封着部の接着強度を比較した結果、粒径 0.1  $\mu m$  以下であれば接着強度が増す。

#### 【0024】

微粒子  $SiO_2$  の添加量は、粒径 0.1  $\mu m$  以下のときには微量の添加でも封着強度が増す事が解かる。

更に、0.01 ~ 2.0 wt % であれば封着強度が増加し、好ましくは 0.1 ~ 1.0 wt % であれば封着強度が増加する事が解かる。

更に、本願発明の蛍光表示管用封着材の効果を従来の  $PbO-B_2O_3-SiO_2$  系と、マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及びエチルセルローズ 0.05 wt % を主成分とし、微粒子  $SiO_2$  の添加量を変化させて、封着部の接着強度を比較した結果、粒径 0.1  $\mu m$  以下であれば接着強度が増す事が解かる。

更に、微粒子  $SiO_2$  の添加量は 0.01 ~ 2.0 wt % が好適であり、好ましくは 0.1 ~ 1.0 wt % が良好である事が解かる。

#### 【0025】

次に失透現象を低減させられると思われる微粒子  $SiO_2$  を添加してシールペーストを作成し、該シールペーストを使用した蛍光表示管を作成して封着強度を測定し、

更に、失透現象の要因と思われるエチルセルローズ等のビヒクルの添加量を低

減した蛍光表示管を作成して封着強度を測定した。

#### 【0026】

図6は、下記の（蛍光表示管I）、（蛍光表示管II）、（蛍光表示管III）、（蛍光表示管IV）の封着強度は、図7の封着強度の測定方法と同様に、ガラス基板上面に印刷焼成した後、幅3.5mm、長さ10mm、高さ20mmのガラス板を、封着炉を通過させて固定したサンプルを用意し、プッシュプルゲージを用いて接着強度を測定した結果である。

#### 【0027】

（蛍光表示管I）

比較用として従来の $PbO-B_2O_3-SiO_2$ 系とエチルセルロース3.0wt%を主成分とする蛍光表示管用封着材を使用した（蛍光表示管I）を作成した。

実用的には問題ない該蛍光表示管Iの封着強度を100%として以下の蛍光表示管II、III、IVの相対的に封着強度を測定した。

#### 【0028】

（蛍光表示管II）

マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラスとエチルセルロース3.0wt%を主成分とする蛍光表示管用封着材を使用した（蛍光表示管II）を作成した。

該蛍光表示管IIの封着強度は、蛍光表示管Iの封着強度に対して約20%以下の封着強度であり、蛍光表示管用外囲器として真空度を維持することが出来なかった。

#### 【0029】

（蛍光表示管III）

マザーガラスである $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラス、エチルセルロース3.0wt%に、平均粒径 $0.1\mu m$ の微粒子 $SiO_2$ を前記低融点ガラスに対して0.5wt%添加した蛍光表示管用封着材を使用した蛍光表示管IIIを作成した。

該蛍光表示管IIIの封着強度は、蛍光表示管Iの封着強度に対して約55%程の封着強度であり、蛍光表示管用外囲器として真空度を維持することが出来たが、

信頼性を考慮すると十分ではなかった。

#### 【0 0 3 0】

(蛍光表示管IV)

マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス、エチルセルローズ 1. 0 w t %、平均粒径  $0.1 \mu m$  の微粒子  $SiO_2$  を前記低融点ガラスにたいして 0. 5 w t % 添加した蛍光表示管用封着材を使用した蛍光表示管IVを作成した。

該蛍光表示管IVの封着強度は、蛍光表示管Iの封着強度に対して約 9 5 % 程の封着強度であり、蛍光表示管用外囲器として真空度を維持することが出来、信頼性も十分であった。

#### 【0 0 3 1】

次に、前記下記の(蛍光表示管I)、(蛍光表示管II)、(蛍光表示管III)、(蛍光表示管IV)の蛍光表示管用封着材の表面の 2 0 0 倍拡大写真を撮影して表面状態を観察した。

前記蛍光表示管Iの、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの表面の 2 0 0 倍拡大写真から、ほぼ全体がガラス質領域(B)となっているが、一部に失透領域(A)があることが解かる。(図1：図面代用写真)

前記蛍光表示管IIの、蛍光表示管用封着材の表面の 2 0 0 倍拡大写真から、蛍光表示管用封着材の表面の 9 0 % 程が、失透物の析出した失透領域(A)である事が解かる。(図2：図面代用写真)

前記蛍光表示管IIIの、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの表面の 2 0 0 倍拡大写真から、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスは失透物の析出が抑制され、表面の約 6 0 % がガラス質である領域(B)、その他が失透領域(A)である事が解かる。(図3：図面代用写真)

前記蛍光表示管IVの、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの表面の 2 0 0 倍拡大写真から、蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスは失透物の析出が抑制され表面の 9 5 % 以上がガラス質である領域(B)、その他が失透領域(A)である事から、本願発明の前記蛍光表示管IVは従来の  $PbO-B_2O_3-SiO_2$  系に近い状態に改善されている。(図4：図面代用写真)

#### 【0 0 3 2】

本願発明の蛍光表示管IVに使用した蛍光表示管用封着材料表面の分析を行った分析結果を示す図5から、前記蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの表面に於いて低融点化に寄与する $\text{SnO}$ 成分（細線）の減少は5%程度であり、ガラスの網目構造を構成する $\text{P}_2\text{O}_5$ 成分（点細線）約5%程度増加していた。以上から従来のリン酸系無鉛ガラスを使用した蛍光表示管用封着材表面は失透化せずに、封着部分の機械的強度の低下も殆どなくなったものと思われる。

#### 【0033】

（実施例2）なお、前実施例では微粒子 $\text{SiO}_2$ を使用した<sup>3</sup>、微粒子 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ においても、同様な結果がえられた。

#### 【0034】

#### 【効果】

本願発明では、蛍光表示管用封着材であるマザーガラスの $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SnO}$ 系低融点ガラス及びエチルセルロースを主成分とし、これに微粒子 $\text{SiO}_2$ を添加することで、失透現象が発生せずに蛍光表示管の封着時に蛍光表示管用封着材としての強度が十分な $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SnO}$ 系低融点ガラスを用いた蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管を得られた。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】従来の $\text{PbO}$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$ 系とエチルセルロース3.0wt%を主成分とする蛍光表示管用封着材を使用した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの200倍拡大図面代用写真。

【図2】 $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SnO}$ 系低融点ガラスとエチルセルロース3.0wt%を主成分とする蛍光表示管用封着材を使用した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスの表面の200倍拡大図面代用写真。

【図3】 $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SnO}$ 系低融点ガラス、エチルセルロース3.0wt%に微粒子 $\text{SiO}_2$ 添加した蛍光表示管用封着材を使用した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスが失透物の析出が抑制され表面の200倍拡大図面代用写真。

【図4】 $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SnO}$ 系低融点ガラス、エチルセルロース1.0wt%及び微粒子 $\text{SiO}_2$ を主成分とする蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラ



スを有する蛍光表示管が失透物の析出が抑制され表面の200倍拡大図面代用写真。

【図5】前記写真2（図2：図面代用写真）の表面の分析を行った分析結果を示す図。

【図6】図1（図面代用写真1）～図4（図面代用写真4）に示す蛍光表示管用封着材を、ガラス基板上面に印刷焼成した後、3.5mm×10mm、高さ20mmのガラスを、封着炉を通過させて固定したサンプルを用意し、プッシュプルゲージを用いて接着強度を測定した結果を図。

【図7】従来 $PbO-B_2O_3-SiO_2$ 系と、 $P_2O_5-SnO$ 系低融点ガラスの粒径及び微粒子 $SiO_2$ の添加量を変化させて、封着部の接着強度を比較した図

【図8】蛍光表示管の拡大側断面図。

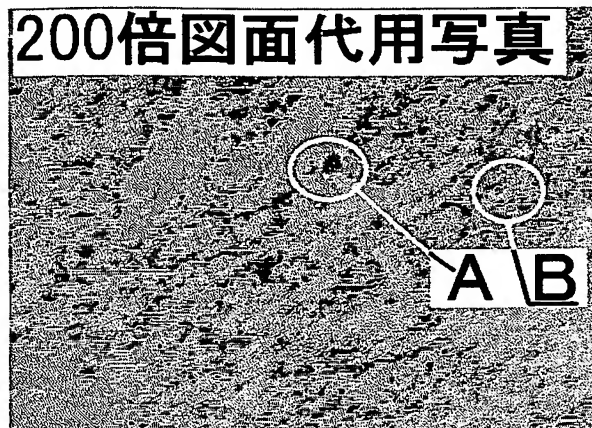
【符号の説明】

- 1、…蛍光表示管
- 2、…ガラスプレート
- 3、…フィラメントリード
- 4、…アノード・グリッドリード
- 5、…スペーサガラス
- 6、…前面板
- 7、…蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラス
- 8、…シールパターン

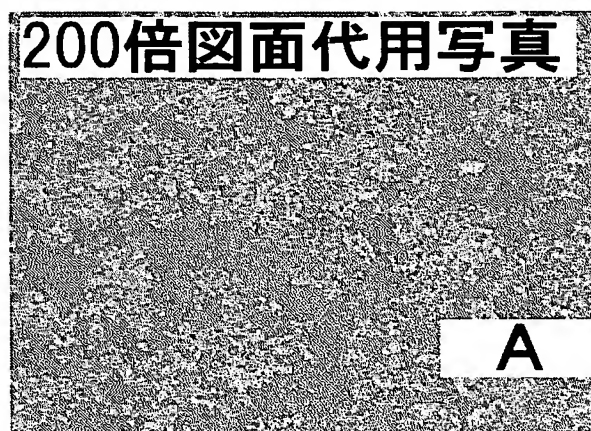
【書類名】

図面

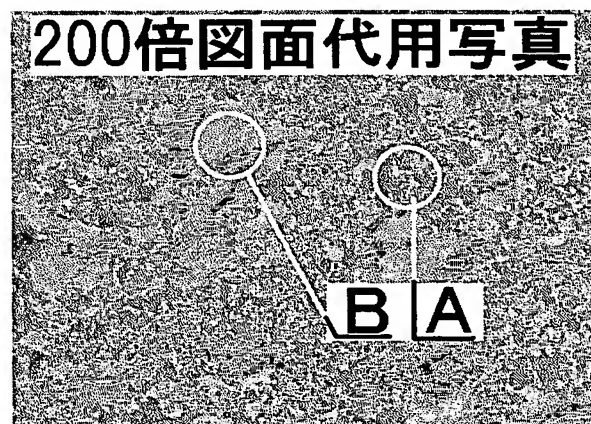
【図1】



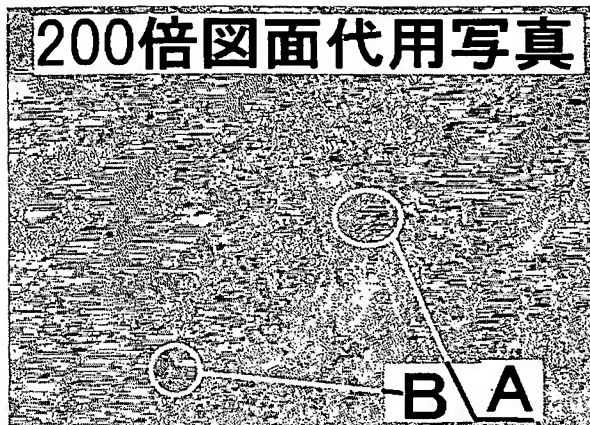
【図2】



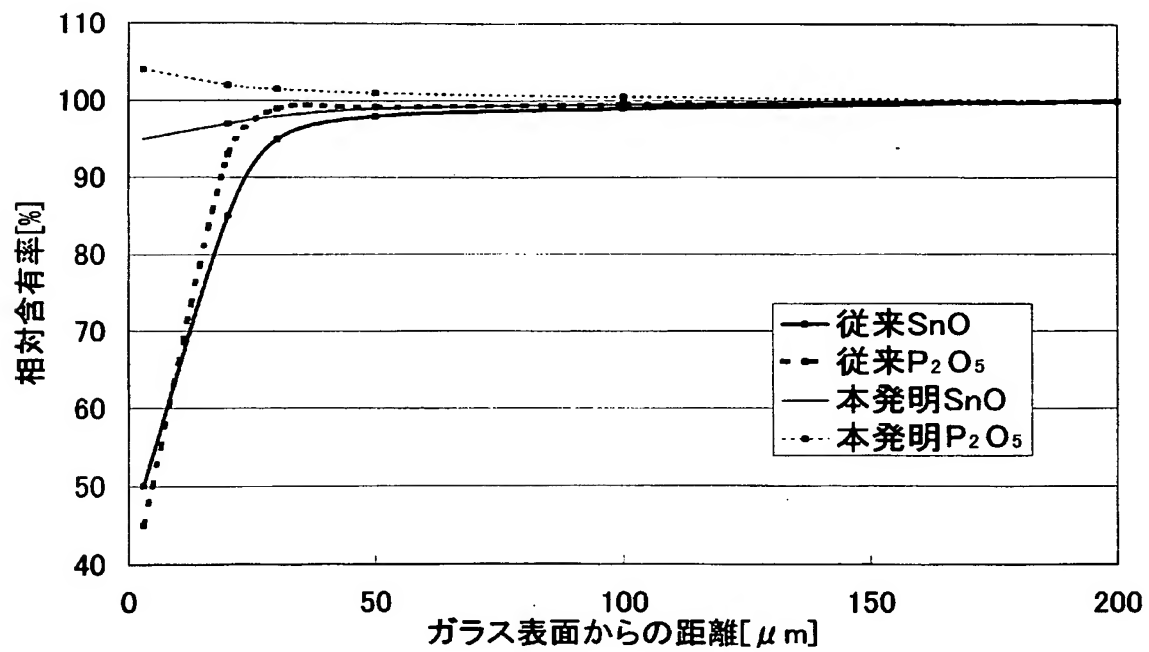
【図3】



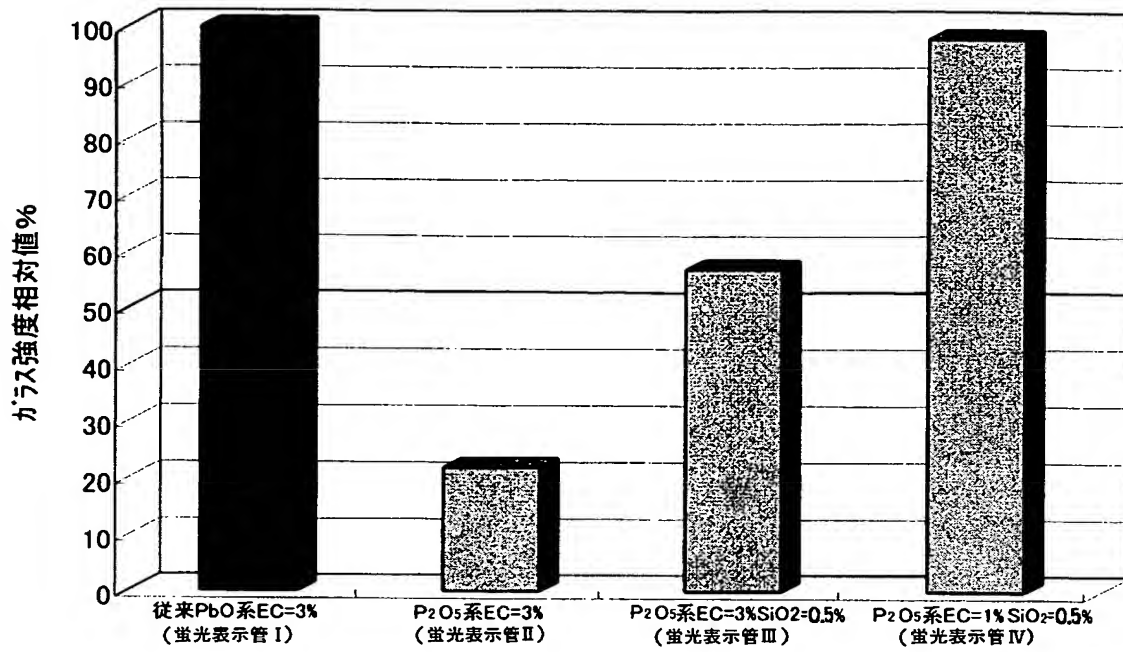
【図4】



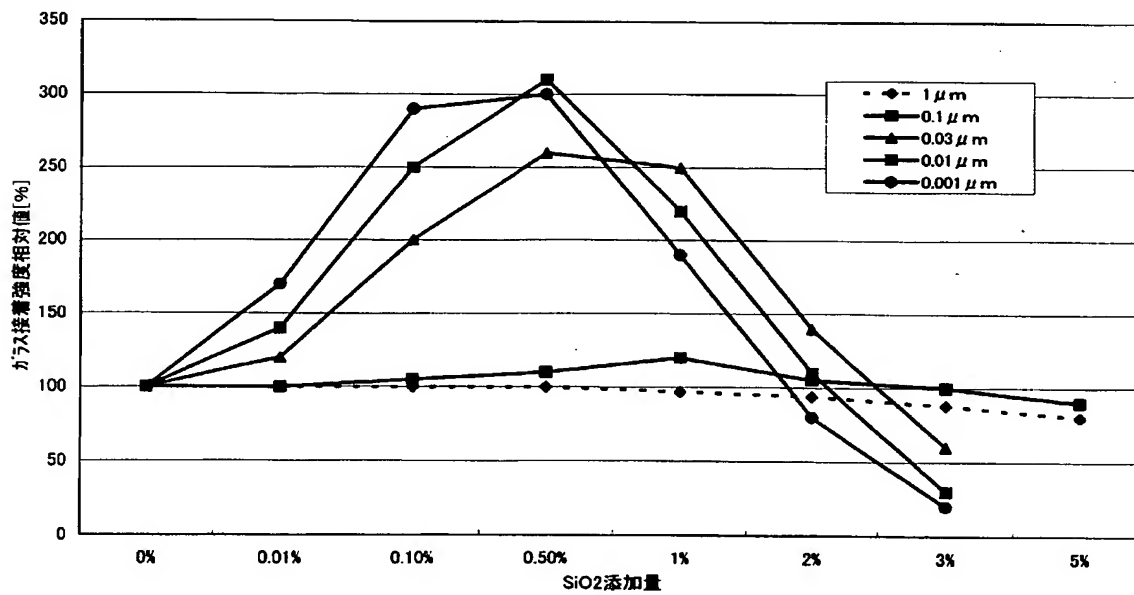
【図5】



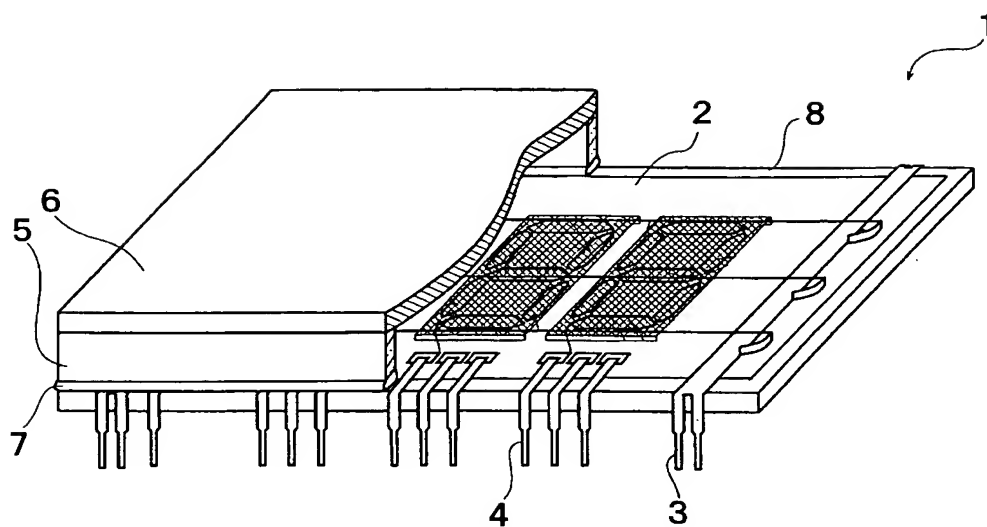
【図6】



【図7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

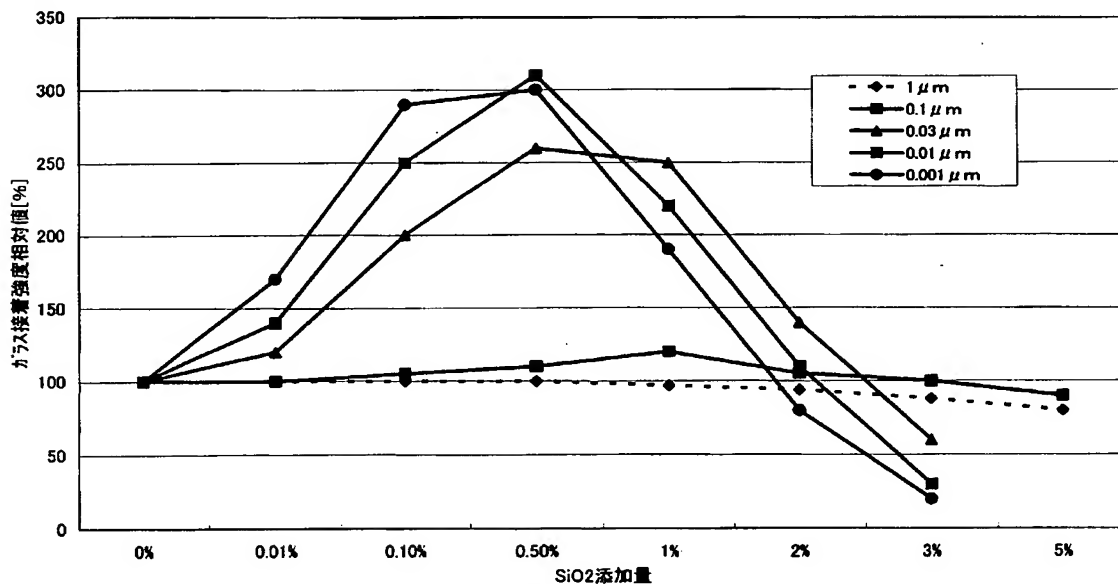
【課題】

従来の焼成等の工程のままで、蛍光表示管の真空度を維持できるリン酸系無鉛ガラス（マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス）を使用した蛍光表示管用封着材からなる非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管提供する。

【解決手段】

マザーガラスである  $P_2O_5-SnO$  系低融点ガラス及び熱膨張調整用低融点フィラーから成るシールフリットに、粒子径  $0.001 \sim 0.1 \mu m$  の  $SiO_2$  又は  $Al_2O_3-ZrO_2$  のうち少なくとも一つのを微粒子  $0.01 \sim 2.0 wt\%$  添加した蛍光表示管用封着材から成る非晶質低融点ガラスを有する蛍光表示管。

【選択図】 【図7】



認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 8 4 6 2 8
受付番号	5 0 2 0 1 4 5 8 4 4 6
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0 0 9 0
作成日	平成 1 4 年 1 0 月 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成14年 9月30日

次頁無

特願 2002-284628

出願人履歴情報

識別番号

[000201814]

1. 変更年月日

1990年 8月20日

[変更理由]

新規登録

住 所

千葉県茂原市大芝629

氏 名

双葉電子工業株式会社



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**